

Doc. 1-1 on ss 3 from WPIL using MAX

©Derwent Information

**Aq. free-flowing pearl lustre conc. for cleaning skin or hair - contg. pearly gloss component polyglycerol ester as crystallisation aid and opt. dispersion acid for surfactant compsns. for low viscosity**

**Patent Number : EP-684302**

*International patents classification : C11D-001/66 C11D-003/20 A61K-007/08*

• **Abstract :**

EP-684302 A An aq. free-flowing pearly lustre concentrate contains:

(a) 10-40% of components giving a pearly gloss, and

(b) 0-50% of a dispersion aid, and as crystallisation aid, a polyglycerol ester of formula (I):



R = H or acyl of formula C(O)-R';

R' = 9-13C alkyl,

n = 1-5, and

the molar ratio of R = H : R = acyl is 95:5-20:80.

USE - The concentrate is used in liq. compsns. for cleaning the skin or hair, and in liq. washing and cleaning compsns.

ADVANTAGE - The concentrate is free from fatty acid alkanolamide and ethoxylated fatty alcohols, has low viscosity and is stable on storage. Tenside compsns. have a higher optical density and excellent brilliance and can be used in automatic pumping, measuring and mixing appts. (Dwg.0/0)

EP-684302 B An aq. free-flowing pearly lustre concentrate contains:

(a) 10-40% of components giving a pearly gloss, and

(b) 0-50% of a dispersion aid, and as crystallisation aid, a polyglycerol ester of formula (I):



R = H or acyl of formula C(O)-R';

R' = 9-13C alkyl,

n = 1-5, and

the molar ratio of R = H : R = acyl is 95:5-20:80.

USE - The concentrate is used in liq. compsns. for cleaning the skin or hair, and in liq. washing and cleaning compsns.

ADVANTAGE - The concentrate is free from fatty acid alkanolamide and ethoxylated fatty alcohols, has low viscosity and is stable on storage. Tenside compsns. have a higher optical density and excellent brilliance and can be used in automatic pumping, measuring and mixing appts.

• **Publication data :**

Patent Family : EP-684302 A1 19951129 DW1996-01 C11D-003/20 Ger 6p \* AP: 1995EP-0107293 19950513 DSR: AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

EP-684302 B1 19991124 DW1999-54 C11D-001/66 Ger AP: 1995EP-0107293 19950513 DSR: AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

DE59507268 G 19991230 DW2000-07 C11D-001/66 FD: Based on EP-684302 AP: 1995DE-5007268 19950513; 1995EP-0107293 19950513

ES2141862 T3 20000401 DW2000-23 C11D-001/66 FD: Based on EP-684302 AP: 1995EP-0107293 19950513

Priority n° : 1994DE-4418718 19940528

Covered countries : 11

Publications count : 4

Cited patents : DE4103551; EP-569028; EP-586323; US4343726

• **Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (GOLD ) GOLDSCHMIDT AG TH  
Inventor(s) : LEIDREITER H

• **Accession codes :**

Accession N° : 1996-001026 [01]

Sec. Acc. n° CPI : C1996-000423

• **Derwent codes :**

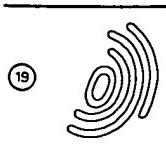
Manual code : CPI: A05-H A10-E07 A12-V04 A12-W12A A12-W12B D08-B04 D08-B09 D11-A03A4 E10-E04G E10-E04K E10-G02G1

Derwent Classes : A96 A97 D21 D25 E17

• **Update codes :**

Basic update code : 1996-01  
Equiv. update code : 1999-54; 2000-07; 2000-23





Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office eur péen des brevets



⑪ Veröffentlichungsnummer: 0 684 302 A1

⑫

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑬ Anmeldenummer: 95107293.3

⑮ Int. Cl. C11D 3/20, A61K 7/08

⑭ Anmeldetag: 13.05.95

⑯ Priorität: 28.05.94 DE 4418718

⑰ Anmelder: Th. Goldschmidt AG  
Goldschmidtstrasse 100  
D-45127 Essen (DE)

⑯ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
29.11.95 Patentblatt 95/48

⑱ Erfinder: Leidreiter, Holger, Dr.  
Lange Strasse 41 a  
D-45529 Hattingen (DE)

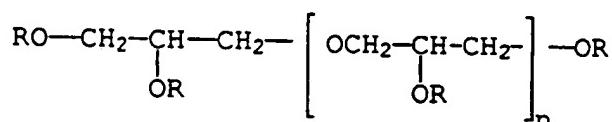
⑯ Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

⑲ Wässrige, fließfähige Perlglanzkonzentrate.

⑳ Die Erfindung betrifft wässrige, fließfähige Perlglanzkonzentrate, welche

- a) 10 - 40 % perlglanzgebende Komponenten,
- b) 0 - 50 % Dispergierhilfsmittel und
- c) 0,2 - 20 % Kristallisierungshilfsmittel

enthalten, wobei als Kristallisierungshilfsmittel ein oder mehrere Polyglycerinester der allgemeinen Formel



in der

R jeweils ein Wasserstoffatom oder einen Acylrest der allgemeinen Formel



bedeutet, wobei

R' ein Alkylrest mit 9 bis 13 Kohlenstoffatomen ist und

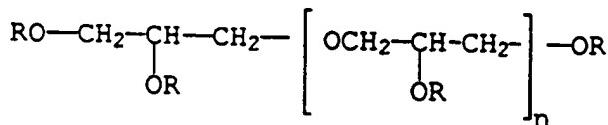
n = 1 bis 5 ist,

mit der Maßgabe, daß das molare Verhältnis von R = Wasserstoffatomen zu R' = Acylresten 95 : 5 bis 20 : 80 beträgt, enthalten sind.

Dadurch werden Perlglanzkonzentrate mit einem brillanten Perlglanz erhalten, die außerordentlich fließfähig sind und dabei in Tensidformulierungen einen Perlglanz hoher optischer Dichte und hervorragender Brillanz erzeugen.

EP 0 684 302 A1

- Die Erfindung b trifft wäßrige, fließfähige Perlglanzkonzentrate, welche
- 10 - 40 % perlglanzgebende Komponenten,
  - 0 - 50 % Dispergierhilfsmittel und
  - c) 0,2 - 20 % Kristallisierungshilfsmittel I
- 5 enthalten.
- Kosmetische Haar- und Körperreinigungsmittel, Gerschirrspülmittel und flüssige Wasch- und Reinigungsmittel enthalten zur Verbesserung des optischen Aspektes, und damit zur Steigerung des Handelswertes, häufig Substanzen, die den genannten Präparaten ein perlglanzartiges Aussehen verleihen. Um 10 einen solchen Perlglanz- bzw. Seidenglanz-Effekt zu erreichen, sind verschiedene Substanzen bekannt, beispielsweise pulverförmige Naturstoffe, wie Glimmer, Fischsilber, anorganische Materialien, wie Wismutoxichlorid und Titandioxidpigmente, ferner Metallsalze höherer Fettsäuren, Fettsäureglykolester und Fettsäurealkanolamide, gegebenenfalls im Gemisch mit anderen Tensiden.
- Üblicherweise werden zu diesem Zweck wäßrige, fließfähige Perlglanzkonzentrate verwendet, welche z. 15 B. organische perlglanzgebende Substanzen enthalten, die dann kalt in Tensidlösungen eingebracht werden. Diese Perlglanzkonzentrate können vom Stand der Technik ausgehend wie folgt zusammengesetzt sein:
1. aus einer perlglanzgebenden Komponente, wie z. B. Fettsäureglykolester oder Fettsäureglycerinester der Stearinäure,
  2. aus Dispergiermitteln, wie z. B. anionischen Tensiden (Laurylethersulfat) oder Fettsäureamidopropylbetainen,
  - 20 3. aus Kristallisierungshilfsmitteln, die den Zweck haben, die perlglanzgebende Komponente in der gewünschten Form kristallisieren zu lassen.
- Die Kristallisation wird durch das rheologische Verhalten der Mischung und die vom Dispergiermittel und dem Kristallisierungshilfsmittel gebildete Micellstruktur bzw. Emulsionsstruktur beeinflußt.
- Aus dem Stand der Technik sind Cocosfettsäureethanolamide als Kristallisierungshilfsmittel bekannt, bei 25 denen aber die Gefahr besteht, daß aufgrund vorhergehender Restmengen an sekundären Aminen gesundheitsgefährdende Nitrosamine gebildet werden können. Weiterhin ist aus der DE-OS 42 13 614 der Einsatz von niedrig/ethoxylierten Fettalkoholen bekannt, mit denen besonders fließfähige und einen guten Perlglanzeffekt aufweisende Konzentrate erhalten werden. Diese Produkte wirken sich jedoch aufgrund ihres Gehalts an Polyethylenoxid bei bestimmten Anwendungen auf der menschlichen Haut negativ aus. Des weiteren werden in der EP 0 300 379 lineare gesättigte Fettsäuren für ihren Einsatz als Kristallisierungshilfsmittel beschrieben. Ebenso ist die Verwendung von Sorbitanfettsäureestern bekannt. Die damit hergestellten Perlglanzkonzentrate sind meist dunkel gefärbt und beeinflussen damit die Farbe der Zubereitung, in die das Perlglanzkonzentrat eingearbeitet ist, negativ.
- Als weitere Zusätze können die Perlglanzkonzentrate noch Säuren und/oder Basen sowie Salze zur pH-Wert-Einstellung und Konservierungsmittel enthalten. Zur Einstellung der Viskosität können verschiedene Lösungsmittel, wie z. B. niedermolekulare mehrwertige Alkohole, zugefügt werden.
- Polyglycerinester sind für ihren Einsatz in kosmetischen Mitteln bekannt. So werden sie z. B. als Rückfettungsmittel in Haut- und Haarreinigungsformulierungen eingesetzt. Sie sind dermatologisch unbedenklich und belasten, da sie biologisch abbaubar sind, das Abwasser nicht.
- Weiterhin werden diese Ester als Emulgatoren, Verdickungs- bzw. Viskositätsregulierungsmittel in vielen kosmetischen Präparaten verwendet.
- Die Herstellung der Polyglycerinester und zahlreiche Anwendungsgebiete dieser Polyglycerinester wird bzw. werden z. B. in der DE-OS 42 23 407 beschrieben.
- Aus der EP-A-0 569 028 ist u. a. die Verwendung von Polyglycerinestern als Viskositätsregulierungsmittel in Shampoos bekannt. Diese Polyglycerinester haben einen hohen Polymerisationsgrad und sollen mindestens sechs Glycerinmonomereinheiten aufweisen. In Formulierungen, die neben diesen Polyglycerinestern als Viskositätsregulierungsmittel auch perlglanzgebende Zusätze enthalten, wird als Kristallisierungshilfsmittel zur Perlglanzherzeugung Cocosfettsäuremonoethanolamid zugesetzt.
- Aufgabe der Erfindung ist es, Perlglanzkonzentrate zur Verfügung zu stellen, die frei von Fettsäurealkanolamiden und ethoxylierten Fettalkoholen sind und dabei die Eigenschaften der bekannten Perlglanzkonzentrate, wie niedrige Viskosität, gute Lagerstabilität und ausgezeichneten Perlglanzeffekt, besitzen.
- Gegenstand der Erfindung sind Perlglanzkonzentrate, die als Kristallisierungshilfsmittel ein oder mehrere Polyglycerinester der allgemeinen Formel



5

in der

R jeweils ein Wasserstoffatom oder einen Acylrest der allgemeinen Formel

10



- 15 bedeutet, wobei  
R' ein Alkylrest mit 9 bis 13 Kohlenstoffatomen ist und  
n = 1 bis 5 ist,  
mit der Maßgabe, daß das molare Verhältnis von R = Wasserstoffatomen zu R = Acylresten 95 : 5 bis 20 : 80 beträgt, enthalten.
- 20 Der Veresterungsgrad, d. h. das molare Verhältnis von R = Acylrest zu R = Wasserstoff, sollte dabei so gewählt werden, daß neben veresterten Gruppen immer ein Teil unveresterter Hydroxylgruppen vorhanden ist.  
Dadurch werden Perlglanzkonzentrate mit einem brillanten Perlglanz erhalten, die außerordentlich fließfähig sind und dabei in Tensidformulierungen einen Perlglanz hoher optischer Dichte und hervorragender Brillanz erzeugen.
- 25 Bevorzugt als Kristallisationshilfsmittel werden dabei Polyglycerinester in Mengen von 1 bis 8 Gew.-%, bezogen auf Dispersionen, eingesetzt.  
Als besonders bevorzugt haben sich Polyglycerinester gezeigt, in denen der Rest R ein Caprinoyl-, Lauroyl- oder Myristoylrest ist.
- 30 Die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate können wie folgt hergestellt werden:  
In einem V2A-Kessel mit Rührwerk wird Wasser vorgelegt und auf 80 °C erhitzt. Temperaturindifferent Zusatzstoffe, wie z. B. Citronensäure zur pH-Wert-Einstellung, Dispersionsmittel und Kristallisationshilfsmittel, werden in das heiße Wasser eingerührt, wobei die Mischung auf 80 °C gehalten wird. Die perlglanzgebende Komponente wird diesem Gemisch in auf 80 °C erhitzter Form zugegeben und homogen eingearbeitet.  
35 Danach läßt man die Mischung langsam abkühlen. Die langsame Abkühlung des Gemisches ist deshalb zweckmäßig, da so ein gleichmäßiger Perlglanz erzielt wird. Wird die Temperatur von 30 °C unterschritten, können noch temperaturempfindliche Zusatzstoffe, wie z. B. Konservierungsmittel, zugegeben werden.
- 40 Die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate können bei Raumtemperatur flüssigen Haar- und Körperreinigungsmitteln, flüssigen Geschirrspülmitteln sowie flüssigen Wasch- und Reinigungsmitteln zugesetzt werden. Hierdurch werden Endprodukte erhalten, die einen ausgezeichneten Perlglanz aufweisen. Die hierzu benötigte Menge der Perlglanzdispersion liegt zwischen 1 und 15, bevorzugt 2 bis 5 Gew.-%. Da die erfindungsgemäße Perlglanzdispersion bei Temperaturen über 5 °C eine vergleichsweise niedrige Viskosität aufweist, besteht die Möglichkeit, die Dispersion mit Hilfe von automatischen Pump-, Dosier- und Mischanlagen zu verarbeiten. Von besonderem Interesse ist dies bei der vollkontinuierlichen Herstellung von perlglanzhaltigen Fertigprodukten.
- 45 Die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate werden an folgenden Beispielen näher erläutert, die Mengenangaben beziehen sich jeweils auf Gew.-%. Die Viskosität wurde mit einem Brookfield-Viskosimeter, Typ RVT bei 6 UpM bei 20 °C, bestimmt.

50

55

Beispiel 1

Perlglanzkonz ntrat

5

	Ethylenglycoldistearat	20 %
	Cocosfettsäureamidopropylbetaein 30 %ig	25 %
	Tetraglycerindilaurat	4 %
	Natriumbenzoat	0,5 %
10	Citronensäuremonohydrat zur pH-Wert-Einstellung (pH 5)	ca. 0,1 %
	Wasser	ad. 100 %
	Viskosität	14000 mPas

15

Beispiel 2

Perlglanzkonzentrat

20

	Ethylenglycoldistearat	12 %
	Natrium- $\alpha$ -Olefinsulfonat 40 %ig	40 %
	Cocosfettsäureamidopropylbetaein 30 %ig	10 %
	Diglycerinmonolaurat	3 %
25	Natriumbenzoat	0,5 %
	Citronensäuremonohydrat zur pH-Wert-Einstellung (pH 5)	ca. 0,2 %
	Wasser	ad. 100 %
	Viskosität	8000 mPas

30

Beispiel 3

Perlglanzkonzentrat

35

	Ethylenglycoldistearat	10 %
	Triglycerindilaurat	5 %
	Natriumbenzoat	0,5 %
40	Citronensäuremonohydrat zur pH-Wert-Einstellung (pH 5)	ca. 0,2 %
	Wasser	ad. 100 %
	Viskosität	6000 mPas

45 Diese Perlglanzkonzentrate gemäß den Beispielen 1 bis 3 wurden nach folgenden Kriterien geprüft:

1. Beurteilung des Perlglanzeffektes
  2. Lagerstabilität bei höheren und tieferen Temperaturen als Raumtemperatur
- Nachstehend sind die entsprechenden Prüfmethoden und Ergebnisse aufgeführt.

50 1. Perlglanzeffekt

Die Beurteilung des Perlglanzeffektes erfolgte visuell nach den Einstufungen matt bis brillant. Es wurde zunächst die Perlglanzkonzentrate entsprechend den Beispielen 1 bis 3 direkt beurteilt und anschließend 2 gew.-%ige Verdünnungen in entsalzt m Wasser hergestellt.

55 Die rfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrat e sitzen einen ausg prägten Perlglanzeffekt, der sich in einer hoh n Brillanz ausdrückt.

## 2. Lagerstabilität bei höher n und tieferen Temperaturen

Die genannten Perlglanzkonzentrate, entsprechend den Beispielen 1 bis 3, wurden zehn Gefrier-Tau-Zyklus von +25 °C auf -5 °C unterworfen und vier Monate bei +40 °C gelagert. Nach Beendigung der Belastungsversuche konnten keine Anzeichen von Instabilität, z. B. Sedimentationen, festgestellt werden.

Die erfindungsgemäßen Perlglanzdispersionen zeigen nach den vorgenannten Prüfungskriterien, daß sie die Anforderungen an Perlglanzkonzentrate des Standes der Technik nicht nur erfüllen, sondern sogar übertreffen, da sie keine Fettsäurealkanolamide und/oder ethoxylierte Fettalkohole enthalten und deshalb frei von sonst gegebenenfalls entstehenden schädlichen Abbauprodukten sind.

10  
Anwendungsbeispiel

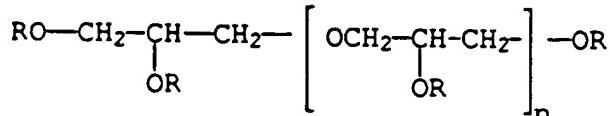
## Haarshampoo

15	Natriumlaurylathersulfat (28 %ig)	40 %
	Cocosfettsäureamidopropylbetaein (37,5 %ig)	10 %
	Natriumchlorid	0,5 %
20	Perlglanzkonzentrat Beispiel 3	5 %
	Wasser	ad. 100 %
	Viskosität	2000 mPas

Dieses Shampoo weist einen brillanten Perlglanz auf und kann über lange Zeit, ohne instabil zu werden, gelagert werden.

## Patentansprüche

1. Wässrige, fließfähige Perlglanzkonzentrate, welche  
30 a) 10 - 40 % perlglanzgebende Komponenten,  
b) 0 - 50 % Dispergierhilfsmittel und  
c) 0,2 - 20 % Kristallisierungshilfsmittel  
enthalten, dadurch gekennzeichnet, daß als Kristallisierungshilfsmittel ein oder mehrere Polyglycerinester der allgemeinen Formel



40 in der  
R jeweils ein Wasserstoffatom oder einen Acylrest der allgemeinen Formel



- 50 bedeutet, wobei  
R' ein Alkylrest mit 9 bis 13 Kohlenstoffatomen ist und  
n = 1 bis 5 ist,  
mit der Maßgabe, daß das molare Verhältnis von R = Wasserstoffatomen zu R = Acylresten 95 : 5 bis 20 : 80 beträgt, enthalten sind.

55



Europäisches  
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			EP 95107293.3
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, obwohl erforderlich, der maßgeblichen Tatsache	Berücksichtigt Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 6)
D, A	<u>EP - A - 0 569 028</u> (LONZA) * Claims 1, 5, 9, 11-14 * --	1	C 11 D 3/20 A 61 K 7/08
A	<u>DE - A - 4 103 551</u> (HENKEL) * Page 2, lines 34-60; examples; claim 1 * --	1	
A	<u>US - A - 4 343 726</u> (EGAN et al.) * Totality * --	1	
A	<u>EP - A - 0 586 323</u> (KAO) * Totality * ----	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 6)
			C 11 D A 61 K
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort WIEN	Abschlußdatum der Recherche 01-09-1995	Prüfer SEIRAFI	
X: KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN Y: von besonderer Bedeutung allein betrachtet Z: von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldeatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	